This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

PAT-NO:

JP404162505A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04162505 A

TITLE:

MAGNETICALLY SOFT THIN FILM

PUBN-DATE:

June 8, 1992

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SUGAYA, MASATATSU

SATO, YUICHI

NARUMIYA, YOSHIKAZU

INT-CL (IPC): H01F010/14

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a magnetically soft thin film whose saturation flux density Bs is high and whose permeability μ is high by a method wherein the thin film has the composition in terms of an atomic ratio which is expressed by the formula of

Fe<SB>100-(a+b+c)</SB>M<SB>a</SB>N<SB>b</SB>O<SB>c</SB> where M is one or more kinds of group 3A elements and (a) to (c) are respectively within specific ranges.

CONSTITUTION: This thin film is provided with the composition in terms of an atomic ratio which is expressed by the formula of

Fe<SB>100-(a+b+c)</SB>M<SB>a</SB>N<SB>b</SB>O<SB>c</SB> where M is one or more

kinds of group 3A elements, 0.2≤a≤10, 0.5≤b≤20 and 0≤c≤10. For example, chips of Y are arranged, with good symmetry, on a pure-iron target, a substrate is placed in a position at a distance of 55mm form the composite target, a sputtering operation is executed by a mixed gas of Ar and N<SB>2</SB>, or a mixed gas of Ar, N<SB>2</SB> and O<SB>2</SB> by using an RF

sputtering apparatus. An Fe-M-N or Fe-M-N-O magnetically soft thin film which is provided with the composition expressed in terms of an atomic ratio of Fe<SB>88.2</SB>Y<SB>1.1</SB>N<SB>10.7</SB>.

Fe<SB>88.7</SB>Y<SB>4.2</SB>N<SB>3.1</SB>O<SB>4.0</SB> or the like and whose

film thickness is at about 1μm is formed on the substrate. While the film is being formed, the substrate is heated to 200°C. After the film has been formed, it is heat-treated in a vacuum in order to enhance its magnetic characteristic.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

19日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫ 公 開 特 許 公 報 (A) 平4-162505

®Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

④公開 平成4年(1992)6月8日

H 01 F 10/14

9057-5E

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全7頁)

60発明の名称 軟磁性薄膜

> 创特 願 平2-287566

29出 願 平2(1990)10月25日

@発 明 者 屋 正達 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケィ株

式会社内

@発 明 者 佐藤 雄 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株

式会社内

@発明者 成 宮 鄈 和 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株

式会社内

の出 願 人 ティーディーケイ株式 東京都中央区日本橋1丁目13番1号

会社

弁理士 石井 陽一 79代理 人 外1名

存在する請求項1ないし3のいずれかに記載の 軟磁性薄膜。

I. 発明の名称 軟磁性薄膜

2. 特許請求の範囲

(1) 下記式で表わされる原子比の組成を有す 、ることを特徴とする軟磁性薄膜。

式 Feron-(****** M. N. O.

(上式においてMは、3A族元素の1種以上で $b, 0.2 \le a \le 10, 0.5 \le b \le 20$ 0 ≤ c ≤ 1 0 である。)

(2) a + b + c ≤ 2 0 である請求項1 に記載 の軟磁性薄膜。

(3) Feを主成分とする主磁性相を有し、前 記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径Dが 1000人以下である請求項1または2に記載 の軟磁性薄膜。

(4) Feを主成分とする主磁性層を有し、前 記主磁性相の結晶粒子が全体の 5 0 体積 % 以上

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、軟磁性薄膜、特に高密度記録に適 した磁気ヘッド、薄膜インダクタ等に用いられ る軟磁性薄膜に関する。

く従来の技術>

磁気記録の分野では、磁気記録の高密度化、 高周波化が進んでいる。

そして、磁気記録の高密度化に伴ない、磁 気記録媒体の保磁力 H c が高くなってきてい る。

このため、従来のセンダストやパーマロイを 用いた磁気ヘッドでは、軟磁性薄膜の飽和磁束 密度Bsが不十分なため、高保磁力、例えば保 磁力 H c が 1 4 0 0 0e 以上の磁気記録媒体に

十分に き込むことができない。

このような事情から飽和磁東密度 B s が高い軟磁性薄膜(15 kG)が種々提案されている。

これらの提案は、単層膜や、各種多層膜についてのものであるが、製造上の観点からは、構造が単純な単層膜が好ましい。

<発明が解決しようとする課題>

本発明の主たる目的は、飽和磁束密度 B s が高く、透磁率μが高い軟磁性薄膜を提供することにある。

<課題を解決するための手段>

このような目的は下記(1)~(4)の本発 明によって達成される。

(1) 下記式で表わされる原子比の組成を有することを特徴とする軟磁性薄膜。

式 Fe, oo-1000cc; M. N. O.

(上式においてMは、3A族元素の1種以上で

である。

すなわち、Mは、Sc、Y、La~Lu<Ac~Lrの1種以上である。

これらのうち、良好な軟磁気特性が得られるという点でY、Sc、La、Ceの1種以上、特にY、Scが好ましい。

また、Mの原子百分率 a は、0 . 2 ~ 1 0 、 好ましくは 0 . 5 ~ 8 、より好ましくは 0 . 8 ~ 7 . 5 である。

0.2 at% 未満では、通常のスパッタ装置で 成膜する場合微細結晶とならないため、十分な 軟磁性が得られず、透磁率μが低下する。

1 0 at% をこえると、飽和磁束密度 B s が 1 5 kG程度未満に低下してしまう。 これは、 非晶質化したり、結晶性が悪化するためのもの であると考えられる。

Nの原子百分率 b は、0、5 ~ 20、好ましくは1~15、より好ましくは1.5~15で

O / 5 at% 未満では、やはり、通常のスパッ

あり、0.2≤a≤10、0.5≤b≤20、 0≤c≤10である。)

(2) a + b + c ≤ 2 0 である上記 (1) に記載の軟磁性薄膜。

(3) Feを主成分とする主磁性相を有し、前記主磁性相の結晶粒子の平均結晶粒径 D が1000 从以下である上記(1)または(2)に記載の軟磁性薄膜。

(4) Feを主成分とする主磁性層を有し、前記主磁性相の結晶粒子が全体の50体積%以上存在する上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の軟磁性薄膜。

<発明の具体的構成>

以下、本発明の具体的構成を詳細に説明する

本発明の軟磁性薄膜は、上記式で示される原子比組成を有する。

式 Feron-(a-a-c) MaNaOc

上記式においてMは、3A族元素の1種以上

タ装置で成膜する場合、 微細結晶とならず、 十 分な軟磁気特性が得られない。

2 0 at% をこえると、飽和磁東密度 B s が 1 5 kG程度未満に低下する。

0 の原子百分率 c は、0 ~ 1 0 、好ましくは 0 ~ 5 である。

Oの添加によってもμが向上するが、添加量が 1 O at% をこえると、飽和磁東密度 B s がに低下する。

さらに、a + b + c は、20以下、より好ま しくは15以下であることが好ましい。

これは、飽和磁東密度Bsが低下するからである。

なお、薄膜磁気ヘッドに適用した場合、Bsが15kG未満となると、高保磁力、特に保磁力 Hcが1400 De 以上の磁気記録媒体に対し オーバーライト特性が低下する。

なお、 合によっては、さらに炭素 C が、 N や O の 一 部 を 置換 し て 含有 さ れ て い て も よ この場合、Cの合有量は、O、Nの合計に対して、50at%以下、より好ましくは20at%以下、特に好ましくは0~10at%であることが好ましい。

このような本発明の軟磁性薄膜の組成は、例えば、電子線プローブマイクロ分析(Electron Probe Micro Analysis EPMA)法により確認することができる。

軟磁性薄膜の膜厚は、用途等に応じて適宜選択すればよいが、通常1~6畑程度である。

このような本発明の軟磁性薄膜は、通常、 Feを主成分とする主磁性相と、Mの窒化物あるいは酸化物を主成分とする窒化物相や酸化物相とを有すると考えられる。 ただし、窒化物相や酸化物相の粒子は微細なため、通常のX線回折等では検出が困難な場合もある。

主磁性相は、通常、Feを主成分とする結晶 粒子にて構成される。 そして、結晶粒子は、 Feのみで構成されてもよく、あるいはFe にM、窒素や酸素が固溶したものであってもよ

X 線回折線のα-Fe (1 1 0) ピークの半値 巾W ω 。 を測定し、下記のシェラーの式から求め ればよい。

式 D = 0 . 9 λ / W . . cosθ

上式において、 λ は 用 い た X 線 の 波 長 で あ り、 θ は 回 折 角 で ある。

なお、α-Fe (110) ピークの 2θは、 44.4度である。

また、主磁性相の結晶粒子は全体の 5 0 体積 %以上、特に 8 0 体積 %以上存在することが好ましい。

上記範囲未満では保磁力Hcが大きく、軟磁気特性が得られず、しかも飽和磁束密度Bsも低い。

微結晶よりなる主磁性相の体積比率は、例えば透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの非晶質相と析出している微結晶相の体積比にて求めればよい。

本発明の軟磁性薄膜を成膜するには、蒸着、 スパッタリング、イオンプレーティング、 W.

また、窒化物相や酸化物相は、通常、Mの窒化物や酸化物にて構成されるが、さらにMの炭化物等が含まれていてもよい。 この場合、Mの窒化物等は、通常、最も安定な窒化物等の形で存在するが、化学量論の組成から多少ずれていてもよい。

主磁性層の結晶粒子の平均結晶粒径 D は、1000 A 以下であることが好ましい。

前記範囲をこえると異方性分散を小さくすることができなくなると考えられ、結果として保 磁力 H c が大きくなり、軟磁気特性を得ることができない。

そして、平均結晶粒径 D は、より好ましくは 5 0 0 A 以下、さらには 4 0 0 A 以下、特に 2 0 ~ 4 0 0 A であることが好ましい。

このような場合、特に高い透磁率 μ が得られ、例えば、本発明を薄膜磁気ヘッドに適用した場合、高い再生感度が得られる。

結晶粒子の平均結晶粒径Dは、粉末法による

CVD等の気相法を用いればよい。

成膜時には、通常、基板を1000~300℃に加熱する。 基板温度がこれより高いと成膜される軟磁性薄膜の主磁性相および酸化物相の結晶粒が成長してくる。 また、基板温度が100℃以下の場合には、膜が厚くなると基板から剥離するようになってくる。

軟 磁性 薄膜 を スパッ 3 夕 法 に より 形成 する に は、 例 えば、 以下 の ように する。

ターグットには、合金鋳造体や焼結体さらに は複合ターケット等を用いる。

蜜素を膜中に混入するためには、窒素雰囲気中の反応性スパックでもよく、あるいは、ターグットに窒化物を用いてもよい。

スパッタリングは、Ar 等不活性ガス雰囲気下で行なわれる。

そして、反応性スパッタの場合は、窒素を 1~20体積%、酸素を0~2.5体積%程度 含有させればよい。

スパックの方式には特に制限はなく、また、

使用するスパッタ装置にも制限はなく、通常の ものを用いればよい。

なお、動作圧力は、通常、RFスパッタの場合には3~30×10~*Torr程度、このほかの諸条件は、スパッタ方式の種類等に応じ適宜決定する。

成膜直後の膜は、非晶質でも、あるいは結晶 質すなわち結晶粒子が存在してもよい。

本発明においては、軟磁性薄膜の軟磁気特性をより一層向上させるために熱処理を行うことが好ましい。 この場合、特に下記の条件が好適である。

昇温速度:2~10℃/分程度

保持温度:200~550℃、

特に300~450℃程度

保持時間:5~100分程度

冷却速度:2~20℃/分程度

雰 囲 気: 1 × 1 0 **Torr以下の真空中

またはAr等の不活性ガス中

なお、本発明の場合、微細に分散したM窒化

Bs:試料振動式磁力計(VSM)を用いて、

1 0 k0eの磁場中で行なう。

Hc:薄膜ヒストロスコープを用いて行なう。

μı : 8 の字コイル法を用いて 3 m0e の高周波

磁場中で測定する。

本発明の軟磁性薄膜は薄膜磁気ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

第1図に、本発明を適用した好適実施例である浮上型の薄膜磁気へッドを示す。

第1 図に示される薄膜磁気ヘッドは、スライダ7上に、絶縁層81、下部磁極層91、ギャップ層10、絶縁層83、コイル層11、絶縁層85、上部磁極層95 および保護層12を順次有する。

本発明においてスライダでは、材料として従来公知の種々のものを用いればよく、例えばセラミックス、フェライト等により構成される。

この場合、セラミックス、特に A & * O * T i C を主成分とするセラミックス、 Z r O *

物や M 酸化物が、熱処理による結晶粒子の粒成 長を抑制するため、平均結晶粒径 D は前記の範 囲内となる。

得られた軟磁性薄膜の直流~50Hz程度での 保磁力Hc は、2 0e 以下、特に1 0e 以下であることが好ましい。

また、 1 MHz での初透磁率μ, は 1 0 0 0 程度以上のものが得られる。

保磁力 H c が前記範囲をこえると、あるいは 初透磁率 μ 、が前記範囲未満であると、磁気 ヘッドに適用したとき、記録・再生感度が低下 してくる。

また、軟磁性薄膜の飽和磁東密度Bsは、 15kG以上、特に17kG以上のものが得られる。

前記範囲未満であるとオーバーライト特性が 悪化し、特に高保磁力の磁気記録媒体への記録 が困難となる。

なお、Bs、Hc、μ、等は下記のとおり測 定すればよい。

を主成分とするセラミックス、 S i C を主成分とするセラミックスまたは A & N を主成分とするセラミックスが好適である。 なお、これらには、添加物として M g、 Y、 Z r O z 、T i O a 等が含有されていてもよい。

スライダ7の形状やサイズ等の諸条件は公知の何れのものであってもよく、用途に応じ適宜 選択される。

スライダ7上には、絶縁層81が形成され

絶録層81の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、SiO。、ガラス、Ae。〇。等を用いることができる。

絶縁層 8 1 の膜厚やパターンは公知の何れの ものであってもよく、例えば膜厚は、 5 ~ 4 0 畑程度とする。

磁極は、通常図示のように、下部磁極層91 と、上部磁極層95として設けられる。

本発明では、下部磁極層91および上部磁

極層95に、前記式で表わされる原子比組成の 軟磁性薄膜を用いる。

このため、高保磁力の磁気記録媒体に対して もオーバーライト特性に優れ、記録・再生感 度、特に、高周波数での記録・再生感度が高い 磁気ヘッドが得られる。

下部および上部磁極層91、95のパターン、膜厚等は公知のいずれのものであってもよい。 例えば下部磁極層91の膜厚は1~5 m 程度、上部磁極層95の膜厚は1~5 m 程度と すればよい。

下部磁種層91および上部磁極層95の間にはギャップ層10が形成される。

ギャップ層10には、Ae。0。、Si0。 等公知の種々の材料を用いればよい。

また、ギャップ層 1 0 のパターン、膜厚等は 公知の何れのものであってもよい。 例えば、 ギャップ 1 0 の膜厚は 0 . 2 ~ 1 . 0 m程度と すればよい。

コイル層11の材質には特に制限はなく、通

また、上部磁極層 9 5 上には保護層 1 2 が設層される。 保護層 1 2 の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば A 2 : 0 : 等を用いることができる。

この場合、保護層12のパターンや腹厚等は 従来公知のものはいずれも使用可能であり、例 えば膜厚は10~50m程度とすればよい。

なお、本発明ではさらに各種樹脂コート層等 を積層してもよい。

このような薄膜磁気ヘッドの製造工程は、通 常、薄膜作製とパターン形成とによって行なわれる。

各層の薄膜作製には、上記したように、従来 公知の技術である気相被着法、例えば真空蒸着 法、スパック法等を用いればよい。

薄膜 磁気 ヘッドの 各層 の パターン 形成 は、 従来 公知 の 技術 で ある 選択 エッチ ング ある い は 選択 デポジションに より 行なう こと が で き る。 エッチングとして はウェットエッチング やドライエッチングにより 行なうことが でき 常用いられる A &、 C u 等の金属を用いればよい。

コイルの巻回パターンや巻回密度についても制限はなく、公知のものを適宜選択使用すればよい。 例えば巻回パターンについては、図示のスパイラル型の他、積層型、ジグザグ型等何れであってもよい。

また、コイル層11の形成にはスパッタ法、 めっき法等の各種気相被着法を用いればよい。

図示例ではコイル層11は、いわゆるスパイラル型としてスパイラル状に上部および下部磁極層91、95間に配設されており、コイル層11と上部および下部磁極層91、95間には 絶縁層83、85が設層されている。

絶縁層83、85の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパック法により行なうときには、Si0。、ガラス、Ae。〇。等を用いることができる。

る。

本発明を適用した薄膜磁気ヘッドは、アーム 等の従来公知のアセンブリーと組み合わせて使 用される。

また、前記の薄膜磁気ヘッドを用いて、種々の方式のオーバーライト記録を行うことができる。

本発明の軟磁性薄膜は、このような薄膜磁気 ヘッドのほか、MIG (メタル・イン・ギャップ) ヘッド等の各種磁気ヘッドに適用できる。

また、無処理温度が比較的低い300℃程度で十分な磁気特性が得られるので、ポリイミドなどの高分子フィルムの上に成膜することもできるので、薄膜インダクタ等にも適用できる

< 実 施 例 >

以下、本発明の具体的実施例を挙げ、本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

RFスパッタ装置を用いて、表1に示される原子比組成を有し、膜厚、約1μοのFeーMーN・NおよびFeーMーN・O軟磁性薄膜を基板上に成膜した。

まず、純鉄ターグット上にYのチップを対称性よく配置し、この複合ターグットから55mm の位置に基板を置き、ArとN。の混合ガスおよびArとN。とO。の混合ガスでスパッタリングを行なった。

なお、基板にはガラス(コーニング社製 7059)を用い、成膜中は基板を200℃に 加熱した。

主な成膜条件は、下記のとおりである。

(3)保磁力(Hc)

薄膜ヒストロスコープにより求めた。

(4)飽和磁東密度(Bs)

VSMを用いて 1 O k0eの磁場中で測定した。

(5)結晶粒子の平均結晶粒径 (D)

X 線回折法を用いて α - F e (1 1 0) ピークの半値幅より求めた。

(6)結晶粒子の含有率

透過型電子顕微鏡を用いて、マトリックスの 非晶質相と析出している微結晶相の体積比より 求めた。

結果は表1に示されるとおりである。

スパッタガス:Ar+1 体積 % Nェ~

Ar+20体積%Na

(必要に応じさらに 0 . 1 ~ 2 . 5 体積%の 0 . を加えた。)

· スパッタガス圧: 5 × 1 0 -* Torr

投入電力: 2 . 4 W/cm²

成膜速度:160 A / 分

到達真空度: 1 × 1 0 - * Torr

次に、磁気特性を向上させるために真空度 1×10- Torr、保持時間1時間にて、温度 400でまたは500での最適温度で熱処理を 行なった後に、以下の方法で諸特性を評価し

(1)膜組成

特別に純度99. 85%のアルミニウム基板上に成膜した膜を用いて、EPMA法により求めた。

(2) µ,

8の字コイル法を用い、3 m0e の高周波磁場 中で測定した。

表 1...

サンプル	組 成 (at%)balFe			D	結晶粒子の	μi (1)Hz)	Hc (0e)	Bs (kG)
No.	M (a)	N N	0	(A)	合有。率 (体積%)	(IMIZ)	(ue)	(KG)
1(本発明)	Y1. 1	10.7	0.0	330	100	1000	1.4	16.9
2(本発明)	Y2. 2	10.8	0.0	180	100	1400	1.0	16.0
3(本発明)	Y4. 8	2.6	0.0	200	100	2000	0.6	17.4
4(本発明)	Y1. 2	5. 4	0.0	190	100	1100	1.2	18.5
5(本発明)	Y3. 1	7.3	0.0	220	100	1900	0.8	16.5
6(本発明)	Y4. 3	7.9	0.0	270	100	1600	0.9	15.6
7(本発明)	Y4. 2	3. 1	4.0	360	100	1200	1.1	17.3
8(本発明)	Y2. 1	1.6	2.0	310	100	1100	1.2	19.0
9(本発明)	Y1.3	10.5	1.5	280	100 ·	1300	1.1	16.2
10(本発明)	Y1.9	3.8	1.9	230	100	1400	1.0	17.3
11(本発明)	Sc5. 1	· 3. 1	0.0	300	100	1800	0.7	17.0
12(本発明)	La4. 2	3.5	0.0	220	100	1100	1.2	17.2
21(比較)	YO. 0	9.3	0.0	620	100	280	5. 7	17.9
22(比 較)	YO. 0	10. 1	2.1	580	100	380	3.8	17.0
23(比 較)	YO. 0	0.0	0.0	1400	100	240	9. 1	20. 7
24(比較)	Y4. 5	0. 2	0.0	510	100	200	9.0	17.5

表1に示される結果から本発明の効果が明らかである。

すなわち、いずれのサンブルも 1 5 kG以上の高い B s が得られ、 2 0e 以下の H c が得られることから、 μ ι も 1 0 0 0 以上のものが得られることがわかる。

そして、本発明のサンプルは熱的安定性や耐 食性も良好であった。

また、飽和磁歪値も小さい値であった。

さらに、本発明の軟磁性薄膜を磁気ヘッドに 適用して、薄膜磁気ヘッドを製造した。

そして、高保磁力の磁気記録媒体に対し、記録・再生を行なったところ、十分なオーバーライト特性と高周波数での高い記録・再生感度等の優れた電磁変換特性が得られた。 この場合、保磁力1400 0e の媒体に一定の波長の信号を記録し、相対速度を変えて再生して得た再生周波数特性の相対出力は、5 MHz まで一定であった。

符号の説明

7 … スライダ

81、83、85… 絶緑層

9 1 … 下部磁極層

95…上部磁極層

10…ギャップ層

11…コイル層

1 2 … 保護層

 出 願 人 ティーディーケイ株式会社

 代 理 人 弁理士 石 井 陽 ー

 同 弁理士 増 田 達 哉

<発明の効果>

本発明の軟磁性薄膜は、飽和磁東密度 Bsが高く、透磁率μが高く、保磁力 Hc が低い軟磁気特性を有し、しかも熱的安定性が良い。

加えて、耐食性が良い。

さらには、単層膜で前記の特性が得られるため、成膜が容易であり、生産歩留りや量産性が高い。

また、本発明の軟磁性薄膜を例えば、磁気ヘッドに適用する場合、高保磁力の磁気記録媒体へ十分な記録を行なうことができ、十分なオーバーライト特性が得られる。

加えて、記録・再生感度、特に高周波数での 記録・再生感度が従来のものに比べ格段と向上 する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の軟磁性薄膜を適用した薄膜磁気ヘッドの1例が示される部分断面図である。

F1G.1

